

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
6. Mai 2004 (06.05.2004)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2004/038031 A1

(51) Internationale Patentklassifikation⁷: **C12P 7/06**,
B01D 3/00

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2003/011602

(22) Internationales Anmeldedatum:
20. Oktober 2003 (20.10.2003)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:
102 49 027.9 21. Oktober 2002 (21.10.2002) DE

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von
US): **GEA WIEGAND GMBH** [DE/DE]; Einsteinstrasse
9-15, 76275 Ettlingen (DE).

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): **HOCHBERG, Ulrich** [DE/DE]; Pfauenstrasse 29, 76199 Karlsruhe (DE).
SCHORMÜLLER, Matthias [DE/DE]; Struvestrasse 18,
76181 Karlsruhe (DE).

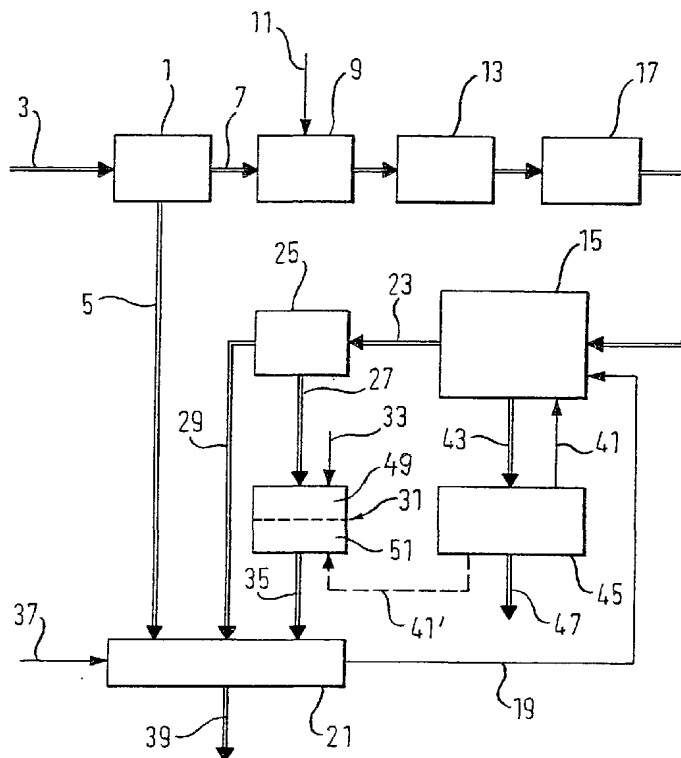
(74) Anwälte: **WEICKMANN & WEICKMANN** usw.; Post-
fach 860 820, 81635 München (DE).

(81) Bestimmungsstaaten (national): AE, AG, AL, AM, AT,
AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR,
CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD,
GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR,
KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN,
MW, MX, MZ, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU,
SC, SD, SE, SG, SK, SL, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA,
UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) Title: APPARATUS FOR THE PRODUCTION OF ALCOHOL

(54) Bezeichnung: ANLAGE ZUR HERSTELLUNG VON ALKOHOL



(57) Abstract: The aim of the invention is to produce alcohol from plant-based raw materials while reducing energy consumption. Said aim is achieved by separating the husk portion of cereals during grinding and feed said husk portion to a dryer (21) which dries distiller's wash as a carrier medium for distiller's wash. The lost heat of said dryer (21) is supplied to the distillation station (15) as process heat. The lost heat of a molecular sieve (45) that drains the raw alcohol is also redirected to the distillation station (15) as process heat.

(57) Zusammenfassung: Zur Herstellung von Alkohol aus pflanzlichen Rohstoffen bei verringertem Energiebedarf wird vorgeschlagen, den Schalenanteil von Körnerfrüchten beim Vermahlen abzutrennen und als Trägermedium für Schlempe einem Schlempetrockner (21) zuzuführen. Die Abwärme des Trockners (21) wird als Prozesswärme der Destillierstation (15) zugeführt. Gleichfalls wird die Abwärme eines den Rohalkohol entwässernden Molekularsiebs (45) als Prozesswärme der Destillierstation (15) zurückgeführt.

WO 2004/038031 A1



(84) Bestimmungsstaaten (regional): ARIPO-Patent (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI-Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Erklärung gemäß Regel 4.17:

— *Erfindererklärung (Regel 4.17 Ziffer iv) nur für US*

Veröffentlicht:

— *mit internationalem Recherchenbericht*

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.

Anlage zur Herstellung von Alkohol

Beschreibung

5

Die Erfindung betrifft eine Anlage zur Herstellung von Alkohol aus Kohlehydrat oder Zucker enthaltendem Rohstoff.

10

Die großtechnische Herstellung von Alkohol, insbesondere Ethylalkohol, aus Kohlehydrat oder/und Zucker enthaltenden pflanzlichen Rohstoffen nach herkömmlichen Verfahren der Verflüssigung des Rohstoffs, der Vergärung zu Maische und nachfolgender Destillation des Rohalkohols ist energieaufwändig, insbesondere wenn die bei der Destillation als Rückstand anfallende Schlempe zur Herstellung von Tierfutter oder dergleichen getrocknet wird.

15

So sind zum Beispiel für die Erzeugung von einem Liter wasserfreiem Ethylalkohol und getrockneter Schlempe zwischen 7 und 8 kg Wasserdampf erforderlich. In Summe übersteigt die zur Alkoholherstellung erforderliche Energie bei herkömmlichen Verfahren den Energieinhalt des Alkohols und dementsprechend ist der Einsatz von Alkohol als Brennstoff in Kraftmaschinen, beispielsweise Automotoren bezogen auf die Gesamtenergiebilanz unrentabel.

20

25

Es ist Aufgabe der Erfindung, einen Weg zu zeigen, wie Alkohol, insbesondere Ethylalkohol und getrocknete Schlempe, mit weniger Energieaufwand als bisher aus pflanzlichen Rohstoffen hergestellt werden kann.

30

Die Erfindung geht aus von einer herkömmlichen Anlage zur Herstellung von Alkohol aus pflanzlichen Rohstoffen, welche umfasst:

- 2 -

eine verflüssigten Rohstoff zu Maische vergärende Fermentierungsstation, eine den Alkohol aus Maische abtrennende Destillierstation und eine Trocknungsstation für in der Destillierstation anfallende Schlempe.

5 Für die Erfindung sind mehrere Aspekte maßgebend, die jeweils für sich und erst recht in ihrer Kombination eine beträchtlich kostengünstigere Herstellung des Alkohols, insbesondere Ethylalkohols, aus kohlehydrathaltigen oder/und zuckerhaltigen pflanzlichen Rohstoffen wie zum Beispiel Mais, Weizen, Sorghum oder auch Melasse ermöglichen. Alkohol und getrocknete
10 Schlempe lassen sich mit beträchtlich weniger Energie, insbesondere weniger als 50 % des bisherigen Energieaufwands herstellen.

Unter einem ersten Aspekt wird das der Erfindung zugrunde liegende Problem bei der Herstellung von Alkohol aus Körnerfrüchten, wie zum
15 Beispiel Mais oder Weizen oder dergleichen dadurch gelöst, dass eine den die Stärke oder/und den Zucker enthaltenden Kern der Körnerfrüchte unter Abtrennung zumindest eines Teils ihrer den Kern umschließenden Schalenanteile zu Mehl vermahlende Mahlstation und eine das Mehl aufschließende Verflüssigungsstation vorgesehen ist und dass die abgetrennten Schalen-
20 anteile der Trockenstation als Trägermedium für die Schlempetrocknung zuführbar sind. Wenngleich auch mit den als Kleie oder dergleichen anfallenden Schalenanteilen ein gewisser Prozentsatz der vergärbaren Kohlehydrate oder Zuckeranteile des Rohstoffs nicht dem Gärprozess zugeführt wird, so wird dieser Umstand dadurch ausgeglichen, dass die Maische
25 reicher an vergärbaren Kohlehydraten und an Zucker ist, so dass höherprozentiger Alkohol destilliert werden kann. Zugleich vermindert sich der Energieverbrauch in der Destillierstation.

Bei herkömmlichen, zur Schlempetrocknung eingesetzten Trocknern wird
30 ein Teil der getrockneten Schlempe als Trägermaterial in den Trocknungsprozess zurückgeführt. Dieser Anteil kann im Rahmen der Erfindung verringert werden oder ganz entfallen, nachdem als Trägermedium die bei der

- 3 -

Vermahlung abgetrennten Schalenanteile (Spelzen oder Kleie) dem Trockner direkt zugeführt werden. Da die abgetrennten Schalenanteile nicht der Verflüssigung zugeführt wurden, also nicht getrocknet werden müssen, verringert sich der Energieverbrauch des Trockners und es können kleinere
5 Trockner als bisher eingesetzt werden.

Um in der Mahlstation die Schalenanteile hinreichend abtrennen zu können, wird zweckmäßigerweise eine Walzenmühle oder einer Prallstrahlmühle eingesetzt. Als Optimum zwischen Verbesserung des Trocknungsprozesses
10 einerseits und hinreichender Alkoholausbeute andererseits hat sich ein Gewichtsverhältnis der Schalenanteile der abgetrennten Schalenanteile zum Mehl von 1:9 bis 2:8 herausgestellt. Die mittlere Korngröße der in der Mahlstation vermahlenen Körnerfrüchte sollte größer als 0,2 mm sein und liegt zweckmäßigerweise zwischen 0,5 mm bis 1 mm.

Bei der Alkoholherstellung muss die in dem pflanzlichen Rohmaterial enthaltene, zumeist gekörnte Stärke verflüssigt bzw. aufgeschlossen werden. Herkömmlich erfolgt dies unter Zusatz von Enzymen durch Dampf, mit dem das Mehl oder gegebenenfalls in einer Aufschlämmung vorliegendes Mehl
20 über seine durch das Rohstoffmaterial bestimmte Verkleisterungstemperatur hinaus erwärmt wird. Nach einer die enzymatische Verflüssigung erlaubenden Verweilzeitpanne muss die in dem Verflüssigungsschritt entstehende "Süßmaische" wieder abgekühlt werden. Gegebenenfalls kann sich an den Verflüssigungsschritt noch ein Vorfermentierungs- oder Verzuckerungsschritt anschließen.
25

Bei herkömmlichen Verflüssigungsstationen wird die Stärke durch Dampf durch einen mit Frischdampf beschickten Dampfstrahlerhitzer in einem einzigen Schritt bis über die Verkleisterungstemperatur hinaus erwärmt. Für
30 die Verflüssigung ist hierbei vergleichsweise viel Energie erforderlich.

- 4 -

Unter einem zweiten Aspekt lässt sich der Energiebedarf der Verflüssigungsstation beträchtlich verringern, wenn die Verflüssigungsstation einen dem Produktstrom des zerkleinerten Rohrstoffs oder einer Aufschlämmung hiervon Dampf zumischenden, wenigstens eine Mischstufe umfassenden Mischkondensator, sowie einen dem Mischkondensator nachgeschalteten, dem Produktstrom Heißdampf zumischenden Dampfstrahlinjektor und einen dem Dampfstrahlinjektor nachgeschaltetem, wenigstens eine Entspannungsstufe umfassenden Entspannungskühler für den Produktstrom umfasst. Der Mischkondensator mischt dem Produktstrom den Entspannungsdampf des Entspannungskühlers zu, nutzt also die in dem Entspannungskühler aus dem Produktstrom rückgewonnene Energie für die Teilerwärmung des Produktstroms bei der Verflüssigung aus. In einer bevorzugten Ausgestaltung erwärmt der Mischkondensator den Produktstrom auf eine Temperatur unterhalb der Verkleisterungstemperatur des Rohstoffs, so dass der Dampfstrahlinjektor nur noch Erwärmungsenergie, zum Beispiel aus Frischdampf, für die Resterwärmung bis oberhalb der Verkleisterungstemperatur zuführen muss. Für diesen Resterwärmungsschritt ist vergleichsweise wenig Energie erforderlich.

Zumindest der Entspannungskühler ist bevorzugt mehrstufig ausgebildet, wobei der Mischkondensator dem Produktstrom zumindest den Entspannungsdampf aus der ersten Entspannungsstufe des Entspannungskühlers zumischt. Der apparative Aufwand ist vergleichsweise gering, wenn der Mischkondensator einstufig und der Entspannungskühler zweistufig ausgebildet sind. Auch der Entspannungsdampf der zweiten Stufe des Entspannungskühlers kann für Prozesszwecke rückgewonnen werden.

Es wird ausgenutzt, dass die Verkleisterungstemperatur, bei der die Verflüssigung der Stärke des Rohstoffs einsetzt, in der Größenordnung von 90°C liegt, während für die nachfolgende Verzuckerung lediglich etwa 60°C erforderlich sind, bzw. die Fermentationstemperatur der nachfolgenden Vermaischung nur bei 35 bis 40°C liegt. Während der für die enzyma-

tische Verflüssigung einzuhaltenden Verweilzeit, die zwischen einigen Minuten und etwa einer Stunde liegen kann, können Wärmeverluste durch geeignete Isoliermaßnahmen verhindert werden. Von besonderem Vorteil der Nutzung eines durch Entspannungsdämpfe geheizten Mischkondensators ist, dass keine Wärmeübertragungsflächen vorgesehen sind, die bei

5 herkömmlichen Verflüssigungsverfahren zu Verkrustungen neigen.

Bei der Fermentation entsteht neben Alkohol auch Kohlendioxid (CO_2), das teilweise in der Maische gelöst ist. Das in der Maische gelöste CO_2 behindert jedoch die Funktion der Destillationskolonnen der Destillierstation und

10 erfordert zum Teil aufwändige Konstruktionen, insbesondere da die vergorene Maische schäumt, wenn das darin gelöste CO_2 entweicht. Nicht zuletzt erhöht das in der Destillationskolonne entweichende CO_2 den Druckverlust in der Destillationskolonne.

Unter einem dritten Aspekt der Erfindung kann der apparative Aufwand der Destillationsstation verringert werden, wenn zwischen der Fermentierungsstation und der Destillierstation eine Entgasungsstation angeordnet ist, in welcher der Maische-Produktstrom ein aufrecht stehendes, an seinem

20 unteren Ende evakuiertes Rohrbündel von oben nach unten durchläuft und sich in dem Rohrbündel entspannt. Der entstehende Dampf zerreibt den Maischeschaum in dem Rohrbündel, so dass die Destillationskolonnen einfacher gebaut werden können. Zudem vereinfacht sich das Vakuumsystem der Destillationskolonne. Der Entgasungsprozess wird verstärkt, wenn

25 der Maische-Produktstrom vor dem Eintritt in das Rohrbündel einen die Maische vorerwärmenden Wärmeübertrager durchläuft. Zudem wird die Maische bereits hier näher an die Destillationstemperatur herangebracht.

Herkömmlich werden Destillationskolonnen durch Frischdampf beheizt.

30 Unter einem vierten Aspekt zeigt die Erfindung einen Weg, wie für die Beheizung der Destillationskolonne bereits anderweitig in der Alkoholherstellungsanlage anfallende Energie genutzt werden kann. Hierzu ist vor-

gesehen, dass die Trocknungsstation einen die Schlempe endtrocknenden Trockner mit einer Taupunkttemperatur von mehr als 95°C, bevorzugt 100° bis 105°C umfasst und dass die Destillationsstation eine mit dem Abdampf des Trockners beheizte Destillationskolonne hat. Mit dem Abdampf eines derartigen Trockners lässt sich zumindest die den Rohalkohol abgebende Destillationskolonne ausschließlich beheizen, insbesondere wenn diese Destillationskolonne keine allzu großen Druckverluste hat, wie sich dies vorangegangen erläutert durch die CO₂-Entgasung der dieser Destillationskolonne zugeführten Maische erreichen lässt. Hohe Taupunkttemperaturen des Abgases lassen sich speziell mit einem Trockner erreichen, welcher im Wesentlichen luftfreien Abdampf erzeugt. Ein solcher Trockner kann beispielsweise als mit überhitztem Dampf betriebener Heißdampftrockner ausgebildet sein.

Vorangegangen wurde erläutert, wie durch Abtrennung der Schalenanteile bei Körnerfrüchten als Rohstoffmaterial der Alkoholherstellung der Trockner verkleinert werden kann. Unter Umständen führt diese Verkleinerung des Trockners dazu, dass er nicht ohne weiteres ausreichende Abdampfenergien für die Beheizung der Destillationskolonne erzeugen kann. Ein fünfter Aspekt der Erfindung zeigt einen Weg, wie weitere Wärmeenergie für die Beheizung der Destillationskolonne aus ohnehin aufzuwendender Prozesswärme für diesen Zweck zurückgewonnen werden kann.

Es hat sich herausgestellt, dass die Restenergie des in einer Dehydrierstation entwässerten Alkohols ausreicht, um ein eventuelles Energiedefizit der Destillationsstation auszugleichen. Unter einem fünften Aspekt der Erfindung ist vorgesehen, dass der Destillationsstation eine erste, insbesondere durch Abdampf der Trockenstation beheizte Destillationskolonne aufweist, an die eine deren Rohalkohol-Produktstrom entwässernde Dehydrierstation angeschlossen ist und dass in einem Zwischenniveau der ersten Destillationskolonne oberhalb ihres Maische-Zuführniveaus eine zweite Destillationskolonne angeschlossen ist, die über einen Wärmeüber-

- 7 -

trager mit Wärme des entwässerten Alkoholdampfs der Dehydrierstation beheizt ist.

Bei einer derartigen "Side Stripper"-Anordnung wird in der zweiten Destilla-
5 tionskolonne Alkohol nicht mehr aus Maische abdestilliert, sondern aus einem Alkohol-Wasser-Substrat bei dementsprechend verringerter Destilla-
tionsenergie abgetrennt.

In einer bevorzugten Ausgestaltung ist der der zweiten Destillationskolonne
10 zugeordnete Wärmeübertrager als mit entwässertem Alkoholdampf der Dehydrierstation beheizter Fallstromverdampfer ausgebildet, dem Lutter-
wasser aus dem Sumpf der zweiten Destillationskolonne zur Entwässerung im Kreislauf zugeführt wird. Das aus der zweiten Destillationskolonne in die
ersten Destillationskolonne zurückgeführte Alkohol-Wasser-Substrat ist
15 dementsprechend alkoholreicher als das aus der ersten Destillationskolonne der zweiten Kolonne zugeführte Substrat.

Bei der Dehydrierstation handelt es sich bevorzugt um ein Molekularsieb,
dem der Rohalkohol gegebenenfalls nach einer Vorerwärmung unter einem
20 höheren Druck als üblich, insbesondere bei einem Druck von mehr als 1,7
bar, zugeführt wird, wird das Molekularsieb bei einem solchermaßen
erhöhten Druck betrieben, lassen sich Abwärmemperaturen des entwäs-
serten Alkoholdampfs von mehr als 90°C erreichen und wie vorangegan-
gen erläutert, zur Beheizung des vorzugsweise als Fallstromverdampfer
25 ausgebildeten Wärmeübertragers nutzen.

Die Idee, die Restwärme des entwässerten Alkohol-Produktstroms in der
Prozessführung an anderer Stelle einzusetzen, lässt sich auch anderweitig
realisieren, beispielsweise zur Verbesserung des Wirkungsgrads der
30 Schlemmetrocknung. Unter einem sechsten Aspekt ist vorgesehen, dass die
Trocknungsstation einen die Schlempe in einen Schlempe-Dünnsaft-Pro-
duktstrom und einen Schlempe-Feststoff-Produktstrom auftrennenden

- 8 -

Separatur, beispielsweise einen Decanter oder dergleichen, sowie einen den Schlempe-Dünnsaft-Produktstrom zu Schlempe-Dicksaft eindampfenden Verdampfer umfasst. Die Trockenstation umfasst ferner einen den Schlempe-Dicksaft zusammen mit dem Schlempe-Feststoff zu Trockenschlempe
5 fertig trocknenden Trockner. Ist auch hier der Destillierstation eine deren Rohalkohol-Produktstrom entwässernde Dehydrierstation nachgeordnet, so kann wenigstens eine Verdampferstufe des den Schlempe-Dünnsaft-Produktstrom eindampfenden Verdampfers mit Wärme des in der Dehydrierstation entwässerten Alkoholdampfs beheizt werden.

10

Beispielsweise kann der Verdampfer zweistufig aufgebaut sein und einen Vorverdampfer sowie einen Endverdampfer umfassen, wobei dann der Endverdampfer mit entwässertem Alkoholdampf aus der Dehydrierstation beheizt wird. Der Vorverdampfer wird zweckmäßigerweise so bemessen,
15 dass er den zulaufenden Schlempe-Dünnsaft auf eine Feststoffkonzentration von 17 % bis 24 % vorkonzentriert, während der Endverdampfer dieses Vorkonzentrat zu Dicksaft (Sirup) mit einem Feststoffanteil von beispielsweise 25 bis 50 % je nach Rohstoff und zugesetzten Enzymen eindickt.

20

Auch unter dem letztgenannten Aspekt ist die Dehydrierstation bevorzugt als Molekularsieb ausgebildet, dem der entwässerte und gegebenenfalls auf mehr als 90°C vorerwärmte Rohalkohol bei einem Druck von mehr als 1,7 bar, a zugeführt wird.

25

Im Folgenden wird die Erfindung anhand einer Zeichnung näher erläutert. Hierbei zeigt:

Figur 1 eine schematische Blockdarstellung einer erfindungsgemäßen Anlage zur Herstellung von Alkohol aus pflanzlichen Rohstoffen;
30

Figur 2 eine schematische Blockdarstellung einer Verflüssigerstation der Anlage;

Figur 3 eine schematische Blockdarstellung einer Entgasungsstation der Anlage;

5 Figur 4 eine schematische Blockdarstellung einer Destillierstation mit nachfolgender Dehydrierstation der Anlage und

Figur 5 eine schematische Blockdarstellung eines in der Anlage nach Figur 1 zur Schlemmrocknung vorgesehenen Endverdampfers.

10

Die in Figur 1 dargestellte Anlage erlaubt es, entwässerten Ethylalkohol aus pflanzlichen, Kohlehydrate oder/und Zucker enthaltenden Rohstoffen, hier Körnerfrüchten, wie zum Beispiel Getreide oder Mais großtechnisch mit gegenüber herkömmlichen Anlagen deutlich verringertem Energieeinsatz herzustellen. Die Anlage umfasst eine Mahlstation 1, die die bei 3 als Rohstoff zugeführten Körnerfrüchte unter Abtrennung zumindest eines Teils der den Stärke oder/und Zucker enthaltenden Kern umschließenden Schalenanteile zu Mehl mit einer mittleren Korngröße von mehr als 0,2 mm, zweckmäßigerweise 0,5 bis 1 mm, vermahlt. Die Mahlstation 1 ist bevorzugt als Walzenmühle oder als Prallstrahlmühle ausgebildet. Beispiele solcher Mühlen sind zum Beispiel in "Ullmanns Encyclopädie der technischen Chemie", dritte Auflage, 1951 Verlag Urban und Schwarzenberg, Band 1, Seite 622, 623, 633, 634, beschrieben. Zweckmäßigerweise ist die Mahlstation 1 so eingestellt, dass sie die Schalenanteile in einem Gewichtsverhältnis von Schalenanteilen zu Mehlanteil von 1:9 bis 2:8 bei 5 für die nachfolgend noch näher erläuterte Weiternutzung abgibt.

Das bei 7 abgegebene Mehl wird, gegebenenfalls nach Aufschlammung einer Verflüssigungsstation 9 zugeführt, in welcher die zumeist kornförmige Stärke des Mehls unter Zusatz von Enzymen verflüssigt und damit in eine vergärbare Form aufgeschlossen wird. Die Stärke wird hierbei unter Zufuhr von Dampf 11 zunächst über die rohstoffabhängige Verkleisterungstempe-

30

- 10 -

ratur erwärmt und dann wieder abgekühlt. Die Verkleisterungstemperaturen liegen für Gerste, Weizen oder Roggen in der Größenordnung von 80°C, für Mais etwa bei 75°C und für Hafer bei 85°C. Einzelheiten der Verflüssigungsstation 9 werden nachfolgend anhand von Figur 2 erläutert.

5

Die in der Verflüssigungsstation 9 entstehende Süßmaische wird nach Abkühlung auf Verzuckerungstemperatur von etwa 60°C unter Zugabe von Enzymen während einer Verweilzeit von 0,2 bis 5 Stunden verzuckert und nachfolgend nach weiterer Abkühlung auf Fermentationstemperatur von ca. 35 bis 40°C unter Zugabe von Hefe und gegebenenfalls weiteren Enzymen zu Alkohol vergoren. Der Verzuckerungsschritt kann gegebenenfalls entfallen, wobei dann die Süßmaische in der Verflüssigungsstation 9 unmittelbar auf die Fermentationstemperatur gekühlt wird.

10

15 In der Fermentierungsstation 13 entsteht bei der Vergärung neben Alkohol auch Kohlendioxid (CO₂), welches sich zum Teil in der bei der Fermentation entstehenden Maische löst. Das CO₂ behindert die Funktion von Destillationskolonnen einer Destillierstation 15, in welcher der in der Maische durch Vergären entstandene Alkohol abgetrennt wird. Die Maische wird deshalb der Destillierstation 15 über eine Entgasungsstation 17 zugeführt, in welcher das in der Maische gelöste CO₂ abgetrennt und zudem die Maische entschäumt wird. Einzelheiten der Entgasungsstation werden nachfolgend anhand von Figur 3 erläutert.

20

25 In der Destillierstation 15 wird die Maische erwärmt, wobei, wie nachfolgend noch näher erläutert wird, der größte Teil der hierfür erforderlichen Energie aus der Abwärme anderer Prozessstufen gewonnen wird, insbesondere dem Abdampf 19 eines Trockners 21, der die als Rückstand des Destillationsprozesses bei 23 anfallende Schlempe zu einem trockenen, auf Grund seines hohen Proteingehalts als Tierfutter verwendbaren Endprodukt (DDGS) fertig trocknet. Die bei 23 anfallende Schlempe wird zunächst in einem Separator 25, beispielsweise einem Decanter in einen Dünnsaft-

30

- 11 -

Produktstrom 27 und einen Feststoff-Produktstrom (wet cake) 29 aufgeteilt. Der Dünnsaft-Produktstrom 27 wird in einem Verdampfer 31 unter Zufuhr von Energie 33 zunächst zu einem Dicksaft-Produktstrom 35 eingedampft und dann werden der Dicksaft-Produktstrom 35 und der Feststoff-Produktstrom 29 zusammen mit dem in der Mühlenstation 1 abgetrennten Schalenanteil-Produktstrom 5 dem durch Fremdenergie 37 beheizten Trockner 21 für die Endtrocknung zugeführt. Die hierbei entstehende Trockenschlempe fällt bei 39 an. Einzelheiten der Erzeugung von Trockenschlempe sind beispielsweise in der Zeitschrift "Die Branntweinwirtschaft" Mai 1976, Seiten 138 bis 141 beschrieben.

Der in dem Trockner erzeugte Abdampf hat eine Taupunkttemperatur von mehr als 95°C, bevorzugt 100 bis 105°C, arbeitet also im Wesentlichen luftfrei. Geeignet sind insbesondere Heißdampftrockner oder Rieseltrockner, wie sie beispielsweise in der genannten Literaturstelle "Ullmann's Encyclopädie der technischen Chemie", Seiten 577 und 601 beschrieben sind. Der Trockner 21 erzeugt auf diese Weise Abdampf mit einer die Destillation des Alkohols in der Destillierstation 15 erlaubenden Temperatur.

Der in der Mahlstation 1 abgetrennte Schalenanteil (Kleie) wird dem Trockner 21 direkt zugeführt, wird also nicht der Verflüssigung unterworfen und muss nicht nach dem Einmaischen wieder getrocknet werden. Der Schalenanteil des Rohstoffs dient vielmehr in dem Trockner 21 als Trägermaterial für den Feststoff-Produktstrom 29 sowie dem Dicksaft-Produktstrom 35. Auf diese Weise kann der Anteil an Trockenschlempe, der bei herkömmlichen Trocknungsverfahren als Trägermaterial für den Trocknungsprozess zurückgeführt wird, vermindert werden. Der Trockner 21 kann damit kleiner dimensioniert sein, und es verringert sich der Energiebedarf bzw. Dampfverbrauch des Trockners 21. Die Abtrennung der Schalenanteile bei 5 in der Mahlstation 1 erhöht darüber hinaus den Stärkegehalt in dem tatsächlich der Verflüssigung zugeführten Mehl, was den bei der Fermentation in der Fermentierungsstufe 13 erzielbaren Alkoholgehalt der Maische erhöht

und damit den Energieverbrauch bei der Destillation der Maische vermindert.

Die vorstehend erläuterte Verkleinerung des Trockners 21 kann im Einzelfall
5 dazu führen, dass seine für den Destillationsprozess der Destillierstufe 15
ausgenutzte Abdampfwärme nicht ausreicht, um den gesamten Destillier-
prozess durchführen zu können. Wie im Einzelnen anhand der Figur 4 noch
erläutert wird, kann zur Deckung eines eventuellen Energiedefizits die
10 Abwärme einer den Rohalkohol der Destillierstation 15 bei 43 aufnehmen-
den Dehydrierstufe 45 gedeckt werden. Die Dehydrierstufe 45 ist bevor-
zugt als Molekularsieb ausgebildet und gibt den dehydrierten Ethylalkohol
als Endprodukt bei 47 ab. Das Molekularsieb wird hierbei bei einem Druck
von wenigstens 1,7 bar, a betrieben, um eine im Destillationsprozess ver-
wertbare Abwärmetemperatur von mehr als 90°C zu erreichen.

15 Für den Fall, dass die Prozesswärme der Destillierstufe 15 bereits allein
durch den Trockner 21 gedeckt werden kann, kann die Abwärme der
Dehydrierstation 45 anderweitig in dem Alkoholherstellungsprozess genutzt
werden. Eine vorteilhafte Nutzung ist in dem Verdampfer 31 bei der
20 Schlemmetrocknung möglich. Der Verdampfer 31 umfasst hierzu einen
beispielsweise mit Frischdampf, vorzugsweise aber mit mechanischer
Brüdenverdichtung betriebenen Vorverdampfer 49, der den Feststoffanteil
in dem bei 27 zulaufenden Schlempe-Dünnsaft auf 17 % bis 24 % vorkon-
zentriert, während ein im Produktstrom nachgeschalteter Endverdampfer 51
25 für eine weitergehende Konzentration des Feststoffanteils auf 25 % bis 50
% je nach Rohstoff oder zugesetzten Enzymen sorgt. Soweit die Abwärme-
energie der Dehydrierstation 45 nicht in der Destillierstation 15 erforderlich
ist, kann sie, wie bei 41' dargestellt, auch zur Erwärmung des Endver-
dampfers 51 genutzt werden. Damit muss lediglich der Vorverdampfer 49
30 durch die bei 33 dem Verdampfer 31 zugeführte, bei mechanischer Brüden-
verdichtung elektrische Energie erwärmt werden. Einzelheiten des Endver-
dampfers 51 werden nachfolgend anhand von Figur 5 erläutert.

- 13 -

Figur 2 zeigt Einzelheiten der Verflüssigungsstation 9. Diese umfasst einen Mischkondensator 53, der das bei 55 aus der Mahlstation 1 in gegebenenfalls aufgeschlammter Form und mit für die Verflüssigung erforderlichen Enzymen versetzte Mehl auf eine Temperatur unterhalb der Verkleisterungs-
5 temperatur des für die Alkoholherstellung benutzten Rohstoffs erwärmt. Das solchermaßen vorerwärmte Produkt wird in einem Dampfstrahlinjektor 57 mit Frischdampf 59 vermischt und dadurch auf eine Temperatur über der Verkleisterungstemperatur des Rohstoffs erwärmt und einer Verweilstrecke 61 zugeführt, in der es eine gewisse Zeit von zum Beispiel 0,1 bis
10 1 Stunde oberhalb der Verkleisterungs- oder Verflüssigungstemperatur gehalten wird. Danach wird das verflüssigte Produkt in einem mehrstufigen Entspannungskühler 63 auf die für die Weiterverarbeitung der am Ausgang 65 anfallenden Süßmaische erforderliche Temperatur gekühlt. Der in der ersten Stufe 67 des Entspannungskühlers 63 anfallende Entspannungsdampf wird bei 69 dem Mischkondensator 53 unmittelbar zugeführt. Damit
15 ist eine Wärmerückgewinnung möglich, ohne dass zur Verkrustung neigende Wärmeübertragungsflächen benutzt werden müssen. Die über einen Druckausgleichsiphon 71 an die erste Entspannungsstufe 67 des Entspannungskühlers 63 angeschlossene, die Süßmaische bei 65 abgebende
20 zweite Entspannungsstufe 73 des Entspannungskühlers 63 führt ihren Entspannungsdampf einem Wärmeübertrager 75 für eine anderweitige Rückgewinnung der Wärme zu.

Der Mischkondensator 53 erwärmt das Produkt bis auf wenige Grad Celsius unterhalb der Verkleisterungstemperatur, so dass der Dampfstrahlinjektor mit vergleichsweise geringem Dampfverbrauch die Produkttemperatur
25 auf wenige Grad oberhalb der Verkleisterungstemperatur erhöhen kann. Der Energiebedarf des Mischkondensators 53 kann hierbei vollständig durch den Entspannungsdampf des Entspannungskühlers 9 gedeckt werden.

30

Im vorliegenden Ausführungsbeispiel ist lediglich der Entspannungskühler 9 mehrstufig ausgebildet. Es versteht sich, dass auch der Mischkondensa-

- 14 -

tor 53 mehrere Stufen haben kann, die dann jeweils gesondert durch einzeln zugeordnete Stufen des Entspannungskühlers mit Entspannungsdampf versorgt werden.

5 Figur 3 zeigt Einzelheiten der Entgasungsstation 17. Die bei 77 aus der Fermentierungsstation 13 zugeführte, alkoholhaltige Maische wird zunächst in einem Wärmeübertrager 79 vorerwärmt und dann am oberen Ende eines mit seinem Rohrbündel aufrecht stehenden Rohrbündel-Entspanners 81 versprüht, so dass sie sich in den Rohren entspannen kann, bevor die
10 entgaste Maische mittels einer Austragpumpe 83 aus dem an das untere Ende des Rohrbündels anschließenden Sumpf abgezogen und der Destillierstation 15 zugeführt wird. Der Sumpf 85 bildet einen ersten Abscheider, der mit einem seitlich angeordneten Flüssigkeitsabscheider 87 kommuniziert. Der Flüssigkeitsabscheider 87 ist bei 89 an ein Vakuumsystem ange-
15 geschlossen, welches CO₂ sowie Wasserdämpfe und Alkoholdämpfe abzieht. Die Anordnung ist so getroffen, dass am unteren Ende des Rohrbündels ein Unterdruck entsteht und die Maische mit einer Geschwindigkeit von etwa 20 bis 60 m/s durch das Rohrbündel strömt. Dies fördert die Entgasung der Maische und sorgt insbesondere dafür, dass der bei der Entspannung
20 entstehende Dampf den Schaum der Maische zerreibt. Da die Maische entgast ist, kann die nachfolgend erläuterte Destillationskolonne der Destillierstation 15 einfacher gebaut werden und auch das Vakuumsystem der Destillationskolonne vereinfacht sich. Damit einher geht auch eine Ver-
25 ringerung des Druckverlustes in der Destillationskolonne.

Einzelheiten der Destillierstation 15 sind in Figur 4 dargestellt. Die Destillierstation 15 umfasst eine erste Rektifizier- oder Destillationskolonne 91, der in einem Zwischenniveau bei 93 die entgaste Maische aus der Entgasungsstation 17 zugeführt wird. Der bei 95 zugeführte Abdampf des Trockners
30 21 speist einen Wärmeübertrager 97, durch den die im Sumpf 99 der Destillationskolonne 91 sich sammelnde Schlempe mittels einer Zirkulationspumpe 101 im Kreislauf geführt und erwärmt wird. Aus dem Sumpf

- 15 -

99 wird bei 103 darüber hinaus die dem Separator 25 für den Trocknungsvorgang zugeführte Schlempe abgezogen. Im oberen Bereich der Destillationskolonne 91 wird in üblicher Weise Alkohol und Wasser enthaltendes Dampf-Flüssigkeits-Gemisch über einen Kondensator 105 im Kreislauf geführt und bei 107 als wasserhaltiger Rohalkohol mittels einer Pumpe 109 abgezogen. Der abgezogene Rohalkohol wird in einem Verdampfer 111 auf eine Temperatur von mehr als 90°C erwärmt und unter dem Druck der Pumpe 109 einem die Dehydrierstation 45 bildenden Molekularsieb 113 zugeführt. Das Molekularsieb 113 entwässert den Rohalkohol und liefert bei 115 als Endprodukt der Alkoholherstellung wasserfreien Ethylalkohol. Wesentlich ist, dass die Pumpe 109 den Druck in dem Molekularsieb 113 auf mehr als 1,7 bar, a erhöht, um auf diese Weise den bei 115 verfügbaren Produktstrom aus dehydriertem Alkoholdampf für die Abwärmerückgewinnung in nachfolgend noch näher erläuteter Weise nutzen zu können.

15 Während die Destillationskolonne 91 ausschließlich von der Abwärme des Trockners 21 mit Prozesswärme versorgt wird, wird eine zweite Destillationskolonne 117, die nach Art eines "side strippers" mit der Destillationskolonne 91 verbunden ist, im Wesentlichen ausschließlich durch die Abwärme des aus dem Molekularsieb 113 austretenden entwässerten Alkoholdampfs mit Prozesswärme versorgt. Die Destillationskolonne 117 entnimmt an einem Niveau oberhalb des Maische-Zuführungsniveaus 93 der Destillationskolonne 91 ein Alkohol/Wasser-Gemisch, welches bei 119 dem Kopf der Destillationskolonne 117 zugeführt wird und nach Alkoholanreicherung an einem etwas tiefer gelegenen Niveau bei 121 in die Destillationskolonne 91 zurückgeführt wird. Der im Wesentlichen maischefreie Sumpf 123 der Destillationskolonne 117 enthält Lutterwasser, das mittels einer Zirkulationspumpe 125 im Kreislauf durch einen Fallstromverdampfer 127 geführt wird, so dass bei 129 Wasser aus der Destillationskolonne 117 abgezogen werden kann. Der Fallstromverdampfer 127 wird durch den auf wenigstens 90°C erwärmten wasserfreien Alkoholdampf aus dem Molekularsieb 113 beheizt, wobei der wasserfreie Alkoholdampf bei 131

- 16 -

zugeführt und bei 133 als gekühltes Endprodukt der Alkoholherstellungsanlage abgeführt wird. Beispiele geeigneter Fallstromverdampfer sind beispielsweise in CH 510 450 oder DE 1 519 714 A beschrieben. Ein Beispiel eines Molekularsiebs ist in US 4 407 662 beschrieben.

5

Die vorstehend erläuterte Destillierstation 15 kann auf Grund der Wärmehückgewinnung aus dem Produktstrom des entwässerten Ethylalkohols auch dann betrieben werden, wenn der Trockner 21 bei Verkleinerung der Trocknerkapazität wegen der Zuführung des in der Mahlstation abgetrennten Kleie- oder Schalenanteils des Rohstoffs nicht hinreichend Energie für das Betreiben des gesamten Destillationsprozesses liefert. Reicht die Abwärme des Trockners 21 jedoch aus, so kann die Abwärme des Molekularsiebs 113 auch anderweitig rückgewonnen werden, insbesondere als Prozesswärme im Endverdampfer 51.

15

Wie Figur 5 zeigt, wird der im Molekularsieb 113 bei einer Temperatur von mehr als 90°C und einem Druck von mehr als 1,7 bar, a entwässerte Ethanol dampf bei 135 einem als Zwangsumlauf-Verdampferheizkörper ausgebildeten Wärmeübertrager 137 zugeführt und erwärmt dort den von einer Zirkulationspumpe 139 im Kreislauf durch den Wärmeübertrager 137 und einen Entspannungsbehälter 141 geförderten, bei 143 dem Eindampfungskreislauf zugeführten, im Vorverdampfer 49 vorkonzentrierten Schlempe-
saft. Eine Austragpumpe 145 entnimmt an einer im Kreislauf vor dem Saftzulauf 143 gelegenen Stelle den Dickschlempesaft und führt ihn dem Trockner 21 zu. Im Entspannungsbehälter 141 entstehender Wasserdampf wird bei 147 einem nicht näher dargestellten Kondensationssystem oder weiteren Verdampfer zugeführt. Der in dem Wärmeübertrager 137 abgekühlte, entwässerte Alkoholdampf wird mittels einer Austragpumpe 149, die gegebenenfalls über einen Ausgleichs- oder Vorlagebehälter 151 an dem Wärmeübertrager 137 angeschlossen ist, als Endprodukt der Alkoholherstellung abgeführt.

20
25
30

Ansprüche

1. Anlage zur Herstellung von Alkohol aus pflanzlichen Rohstoffen,
5 umfassend
- eine verflüssigten Rohstoff zu Maische vergärende Fermentierungsstation (13),
 - eine den Alkohol aus der Maische abtrennende Destillierstation (15) und
 - 10 - eine Trocknungsstation (21, 31) für in der Destillierstation (15) anfallende Schlempe,
- dadurch gekennzeichnet, dass
- zur Herstellung von Alkohol aus Körnerfrüchten eine den die Stärke oder/und Zucker enthaltenden Kern der Körnerfrüchte unter Abtrennung
15 zumindest eines Teils ihrer den Kern umschließenden Schalenanteile zu Mehl vermahlende Mahlstation (1) und eine das Mehl aufschließende Verflüssigungsstation (9) vorgesehen ist und dass die abgetrennten Schalenanteile der Trockenstation (21, 31) als Trägermedium für die Schlempetrocknung zuführbar sind.
- 20
2. Anlage nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Mahlstation (1) die Schalenanteile in einem Gewichtsverhältnis Schalenanteile zu Mehl von 1 zu 9 bis 2 zu 8 abtrennt.
- 25
3. Anlage nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Mahlstation (1) die Körnerfrüchte zu Mehl mit einer mittleren Korngröße zwischen 0,5 und 1 mm vermahlt.
- 30
4. Anlage nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass die Mahlstation (1) eine Walzenmühle oder eine Prallstrahlmühle aufweist.

5. Anlage nach einem der Ansprüche 1 bis 4 oder dem Oberbegriff von Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass zur Herstellung von Alkohol aus pflanzlichen Rohstoffen, insbesondere zu Mehl vermahlenden Körnerfrüchten, eine Kohlehydrate und/oder Zucker in dem Rohstoff aufschließende Verflüssigungsstation (9) mit einem dem Produktstrom des zerkleinerten Rohstoffs oder einer Aufschlammung hiervon Dampf zumischenden, wenigstens eine Mischstufe umfassenden Mischkondensator (53), einen dem Mischkondensator (9) nachgeschalteten, dem Produktstrom Heißdampf zumischenden Dampfstrahlinjektor (57) und einem dem Dampfstrahlinjektor (57) nachgeschalteten, wenigstens eine Entspannungsstufe (67, 73) umfassenden Entspannungskühler (63) für den Produktstrom vorgesehen ist, wobei der Mischkondensator (53) den Produktstrom Entspannungsdampf des Entspannungskühlers (63) zumischt.
6. Anlage nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass zumindest der Entspannungskühler (63) mehrstufig ist und der Mischkondensator (53) den Produktstrom zumindest den Entspannungsdampf der ersten Entspannungsstufe (67) des Entspannungskühlers (67) zumischt.
7. Anlage nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass der Mischkondensator (53) einstufig und der Entspannungskühler (63) zweistufig ausgebildet ist.
8. Anlage nach einem der Ansprüche 5 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass der Mischkondensator (53) den Produktstrom auf eine Temperatur unterhalb der Verkleisterungstemperatur des Rohstoffs und der Dampfstrahlinjektor (57) den Produktstrom auf eine Temperatur oberhalb der Verkleisterungstemperatur des Rohstoffs erwärmt.

9. Anlage nach einem der Ansprüche 1 bis 8 oder dem Oberbegriff von Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass zwischen der Fermentierungsstation (13) und der Destillierstation (15) eine Entgasungsstation (17) angeordnet ist, in welcher der Maische-Produktstrom ein
5 aufrecht stehendes, an seinem unteren Ende evakuiertes Rohrbündel (81) von oben nach unten durchläuft und sich in dem Rohrbündel (81) entspannt.
10. Anlage nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, dass der
10 Maische-Produktstrom vor dem Eintritt in das Rohrbündel (81) einen die Maische vorerwärmenden Wärmeübertrager (79) durchläuft.
11. Anlage nach einem der Ansprüche 1 bis 10 oder dem Oberbegriff von Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Trocknungsstation (21, 31) einen die Schlempe endtrocknenden Trockner (21)
15 mit einer Taupunkttemperatur von mehr als 95°C, bevorzugt 100° bis 105°C umfasst und dass die Destillierstation (15) eine mit dem Abdampf des Trockners beheizte Destillationskolonne (91) umfasst.
12. Anlage nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, dass der Trockner (21) im Wesentlichen luftfreien Abdampf erzeugt.
20
13. Anlage nach Anspruch 11 oder 12, dadurch gekennzeichnet, dass der Trockner (21) als Heißdampftrockner ausgebildet ist.
25
14. Anlage nach einem der Ansprüche 1 bis 13 oder dem Oberbegriff von Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Destillierstation (15) eine erste, insbesondere durch Abdampf der Trockenstation (21, 31) beheizte Destillationskolonne (91) aufweist, an die eine
30 deren Rohalkohol-Produktstrom entwässernde Dehydrierstation (45) angeschlossen ist

- 20 -

und dass in einem Zwischenniveau der ersten Destillationskolonne (91) oberhalb ihres Maische-Zuführniveaus (93) eine zweite Destillationskolonne (117) angeschlossen ist, die über einen Wärmeübertrager (127) mit Wärme des entwässerten Alkoholdampfs der Dehydrierstation (45) beheizt ist.

5

15. Anlage nach Anspruch 14, dadurch gekennzeichnet, dass der Wärmeübertrager als mit entwässertem Alkoholdampf der Dehydrierstation (45) beheizten Fallstromverdampfer (127) ausgebildet ist.

10

16. Anlage nach Anspruch 14 oder 15, dadurch gekennzeichnet, dass die Dehydrierstation (45) ein Molekularsieb (117) umfasst.

15

17. Anlage nach Anspruch 16, dadurch gekennzeichnet, dass das Molekularsieb (117) bei einem Druck von 1,7 bar, a oder mehr betrieben ist.

20

18. Anlage nach einem der Ansprüche 1 bis 17 oder dem Oberbegriff von Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Trocknungsstation (21, 31) einen die Schlempe in einen Schlempe-Dünnsaft-Produktstrom und einen Schlempe-Feststoff-Produktstrom trennenden Separator (25), einen den Schlempe-Dünnsaft-Produktstrom zu Schlempe-Dicksaft eindampfenden Verdampfer (31) sowie einen den Schlempe-Dicksaft zusammen mit dem Schlempe-Feststoff zu Troskenschlempe trocknenden Trockner (21) umfasst,

25

dass der Destillierstation (15) eine den Rohalkohol-Produktstrom entwässernde Dehydrierstation (45) nachgeordnet ist

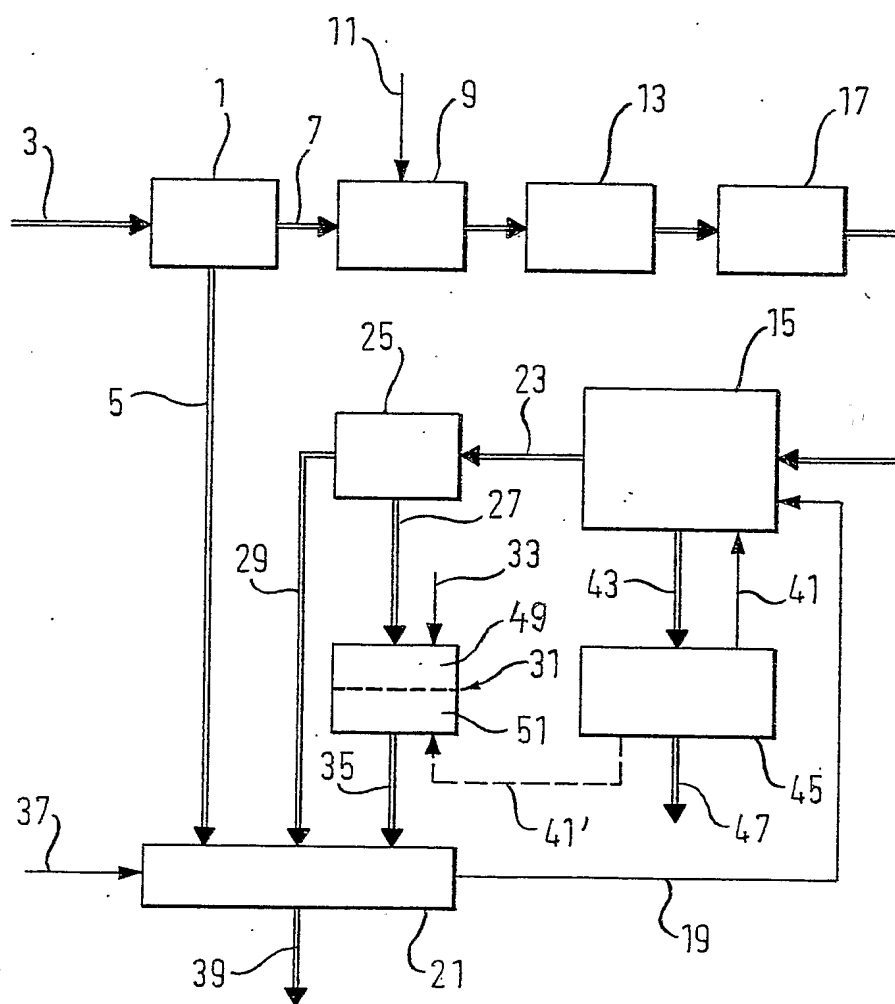
und dass der Verdampfer (31) wenigstens eine mit Wärme des entwässerten Alkoholdampfs der Dehydrierstation beheizte Verdampferstufe (51) aufweist.

30

- 21 -

19. Anlage nach Anspruch 18, dadurch gekennzeichnet, dass der Verdampfer (31) einen Vorverdampfer (49) und einen Endverdampfer (51) umfasst und dass der Endverdampfer (51) mit entwässertem Alkoholdampf aus der Dehydrierstation (45) beheizt ist.
- 5
20. Anlage nach Anspruch 18 oder 19, dadurch gekennzeichnet, dass die Dehydrierstation (45) ein Molekularsieb (117) umfasst.
21. Anlage nach Anspruch 20, dadurch gekennzeichnet, dass das Molekularsieb (117) bei einem Druck von 1,7 bar, a oder mehr betrieben ist.
- 10

Fig. 1



2 / 4

Fig. 2

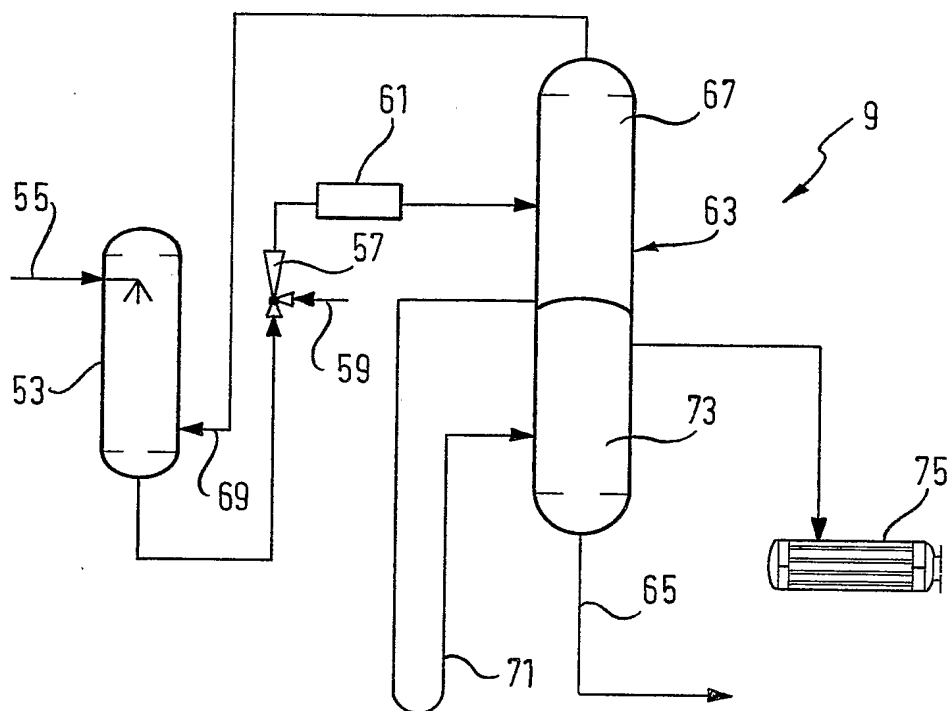
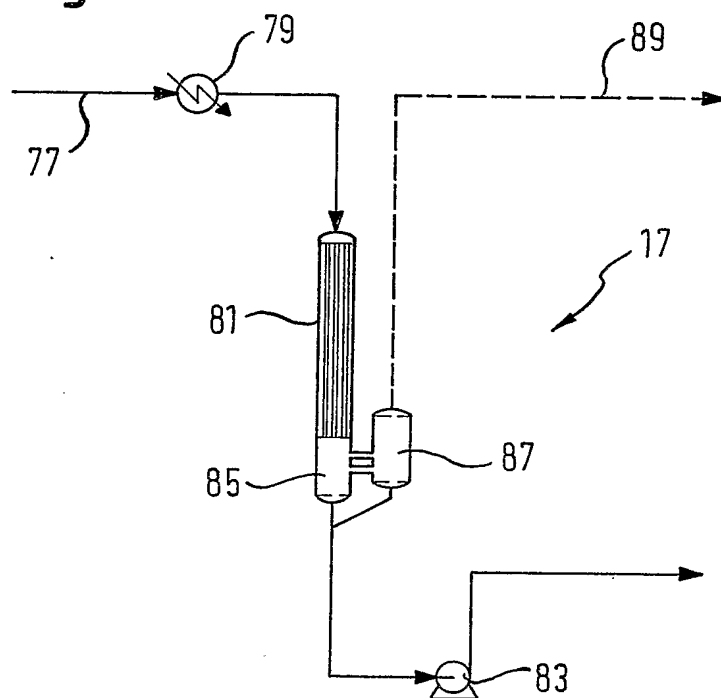
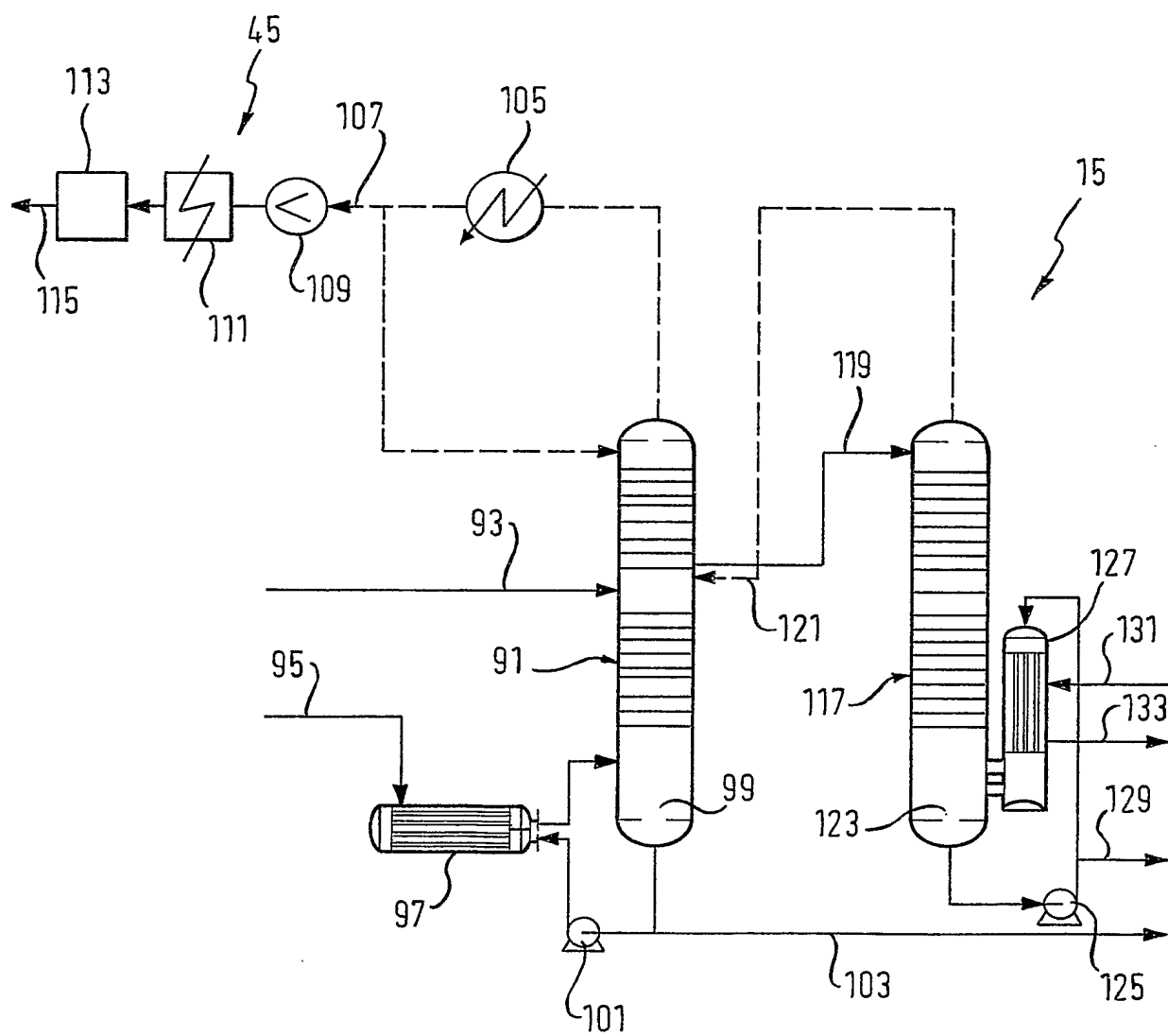


Fig. 3



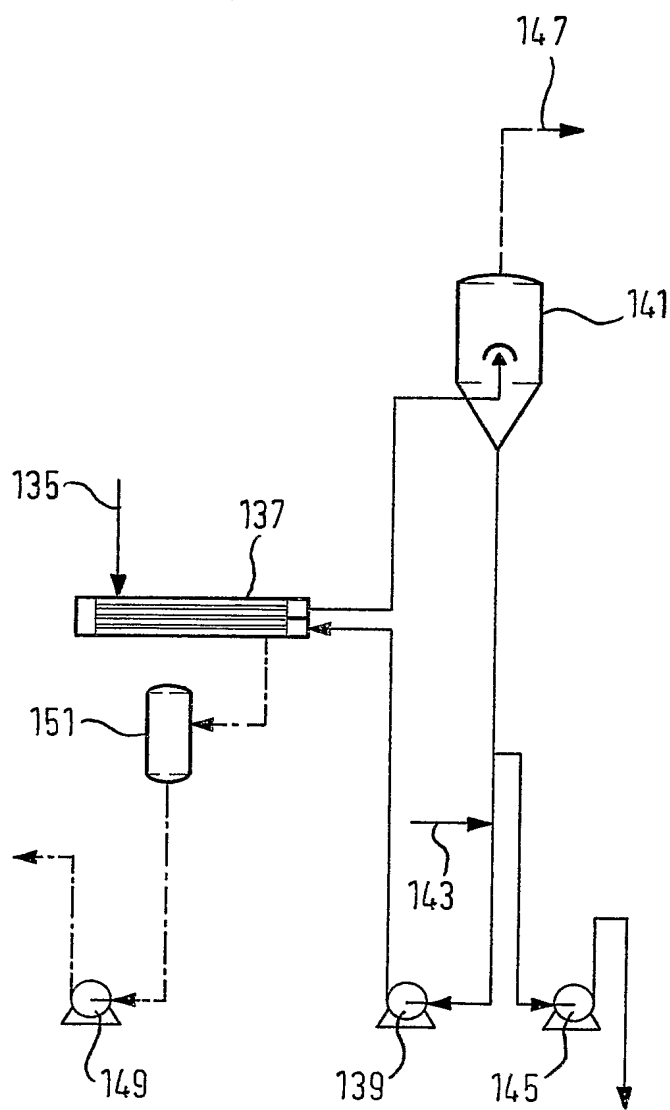
3 / 4

Fig. 4



4 / 4

Fig. 5



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No.

PCT/EP 03/11602

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
 IPC 7 C12P7/06 B01D3/00

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 C12P B01D

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data, PAJ, FSTA

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 4 287 304 A (MULLER WERNER C ET AL) 1 September 1981 (1981-09-01) column 4, line 18-32; claims 1-4,11,12; figure column 6, line 35-38	1-21
A	US 5 545 543 A (BERRUTI MASSIMO ET AL) 13 August 1996 (1996-08-13) claims 1,4	1-21
A	WO 96 36723 A (SILION DORU ;TABULEAC MIHAI (RO)) 21 November 1996 (1996-11-21) claims 1,2	1-21



Further documents are listed in the continuation of box C.



Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents :

- *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- *E* earlier document but published on or after the international filing date
- *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- *T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- *X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- *Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- *Z* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

15 January 2004

Date of mailing of the international search report

29/01/2004

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaa
 NL - 2280 HV Rijswijk
 Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
 Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Koch, J

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/EP 03/11602

Patent document cited in search report		Publication date		Patent family member(s)	Publication date
US 4287304	A	01-09-1981	CA	1162157 A1	14-02-1984
			US	4448881 A	15-05-1984
US 5545543	A	13-08-1996	IT	1211714 B	03-11-1989
			AT	133203 T	15-02-1996
			AU	2260688 A	09-03-1989
			DE	3854918 D1	29-02-1996
			EP	0330686 A1	06-09-1989
			WO	8901522 A1	23-02-1989
			US	5559031 A	24-09-1996
WO 9636723	A	21-11-1996	RO	110532 B1	30-01-1997
			RO	111469 B1	30-01-1997
			AU	5661096 A	29-11-1996
			WO	9636723 A1	21-11-1996

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 03/11602

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES
IPK 7 C12P7/06 B01D3/00

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)

IPK 7 C12P B01D

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EPO-Internal, WPI Data, PAJ, FSTA

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie ^o	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	US 4 287 304 A (MULLER WERNER C ET AL) 1. September 1981 (1981-09-01) Spalte 4, Zeile 18-32; Ansprüche 1-4,11,12; Abbildung Spalte 6, Zeile 35-38 ---	1-21
A	US 5 545 543 A (BERRUTI MASSIMO ET AL) 13. August 1996 (1996-08-13) Ansprüche 1,4 ---	1-21
A	WO 96 36723 A (SILION DORU ;TABULEAC MIHAI (RO)) 21. November 1996 (1996-11-21) Ansprüche 1,2 -----	1-21



Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen



Siehe Anhang Patentfamilie

^o Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

- *A* Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist
- *E* älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist
- *L* Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)
- *O* Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht
- *P* Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

T Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

X Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

Y Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

Z Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

15. Januar 2004

Absenddatum des internationalen Recherchenberichts

29/01/2004

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde

Europäisches Patentamt, P.E. 318 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Koch, J

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 03/11602

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument		Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
US 4287304	A	01-09-1981	CA 1162157 A1	14-02-1984
			US 4448881 A	15-05-1984
US 5545543	A	13-08-1996	IT 1211714 B	03-11-1989
			AT 133203 T	15-02-1996
			AU 2260688 A	09-03-1989
			DE 3854918 D1	29-02-1996
			EP 0330686 A1	06-09-1989
			WO 8901522 A1	23-02-1989
			US 5559031 A	24-09-1996
WO 9636723	A	21-11-1996	RO 110532 B1	30-01-1997
			RO 111469 B1	30-01-1997
			AU 5661096 A	29-11-1996
			WO 9636723 A1	21-11-1996